目次

分析ガイド編

スプリット分析法 1
スプリットレス分析法 3
ワイドボアカラムの全量導入(Direct Injection)分析法 5
OCI 分析法（コールドオンカラム分析法） 7
PTV 分析(プログラム昇温気化分析） 9
キャピラリ FID 分析 11
キャピラリ ECD 分析 13
AOC-20i/s 使用上の注意点 15
カラムの選択の目安 17
参考：カラム長さ、内径、膜厚の違いと特徴 19

スプリット分析法

スプリット分析法とは？

注入、気化させた試料の数 10 の 1 のみをカラムに導入し、残りはスプリットベントに排出する分析方法です。キャピラリ分析の最も基本的なもので、適用範囲の広い分析法です。

スプリット分析法の特徴

- カラムの分離能力を最大限に生かせる注入方法です。
- 注入試料の数10分の1しかカラムに導入しませんので、比較的高濃度試料に向いています。
- 中～高濃度まで幅広い濃度の分析が可能です。

適用試料

液体、気体いずれの試料も適用できます。

注入量

- 液体試料の注入量は通常2μL以下です。最もよく使われる注入量は1μLです。
- 気体試料の注入量は1mL以下です。最もよく使われる注入量は0.1～0.2mLです。

適用カラム

内径、長さの制限はありません。

スプリット分析の条件設定の注意点

- キャリアガスはHeが最適です。
- 分離に最適なキャリアガスの流量はカラム内径により異なります。しかし、分離に最適なキャリアガス(He)の線速度はカラム内径に関係なく、25cm/sec～40cm/secです。
- カラムの分離能を損なわないために、カラム流量とスプリットベント流量の和を約30mL/min以上に設定して下さい。
- 最もよく使用されるスプリット比は1:50～1:100です。

Table に入口圧力、カラム流量、スプリット比の目安を示しました。

Table　カラム圧力、流量、スプリット比の目安（25～30mカラムの場合，キャリアガス:He）

カラム内径	圧力（kPa）	カラム流量(mL/min)	スプリット比
0.25mm	100～150kPa	1.2～2.5mL/min	1:30～200
0.32mm	60～100kPa	2～4mL/min	1:15～100
0.53mm	25～40kPa	5～8mL/min	1:2～30

- 非常に高沸点の化合物を分析する場合は、高耐熱性の短いカラム（Ex. Rtx-1, 5～15m）を用い、カラム流量を高く設定します。（高線速度:Ex. 100cm/sec以上）

カラムの温度条件設定の注意点

恒温、昇温いずれの温度条件も設定可能です。

その他の注意点

- インサートには不活性化処理済シリカウールを少量（5mg以下）詰めます。インサートにシリカウールが入っていないと面積値の再現性は悪くなります。
- インサートに詰めるシリカウールの位置を以下に示します。

装置	シリカウール上端の位置	装置	シリカウール上端の位置
GC-2010+AOC20	インサート上端から約25mm下	GC-2014+AOC20	インサート上端から約20mm下
GC-17A(SPL-17)+AOC20	インサート上端から約21mm下	GC-14(SPL-14)+AOC20	インサート上端から約25mm下
GC-17A(SPL-17)+AOC17	インサート上端から約18mm下	GC-14(SPL-14)+AOC17	インサート上端から約23mm下
GC-17A(SPL-17)+AOC14	インサート上端から約15mm下	GC-14(SPL-14)+AOC14	インサート上端から約20mm下

- 目的成分が吸着し易い場合は、インサートに入れる不活性化処理済シリカウールを減らす（1mg以下）と吸着が減少する場合があります。
- 分解性のある化合物でも、スプリット比を大きくすると分析できる場合があります。
- 熱安定性の高い試料、吸着性が低い試料の場合は、不活性化処理をしていないシリカウールを使用しても分析に支障はありません。
- 熱安定性の高い試料、吸着性が低い試料の場合は、シリカウールの量を7～10mgに増加させると面積値の再現性がより向上する場合があります。
- 農薬等の比較的高沸点化合物を分析する場合は、注入口用保温カップの使用をお勧めします。
- 気化潜熱のおおきな溶媒を分析する場合は、シリカウールの量をふやすと面積値再現性が向上する場合があります。

スプリットレス分析法

スプリットレス分析法とは？

カラム初期温度を低い温度(Ex. 50～60℃)に設定します。試料注入前にスプリットベントを閉じておきます。注入、気化させた試料の大部分がカラムに移動した後(1～2min 後)に、スプリットベントを開けてカラム温度を昇温することにより、低いカラム初期温度にてカラム先端部に凝集させた成分を溶出させ、分離、検出する分析法です。

スプリット法では感度が足りない低濃度試料に用いられる分析方法です。キャピラリ分析の中では比較的制限の多い分析法です。

スプリットレス分析法の特徴

- 高感度分析が手軽にできます。
- 比較的沸点の高い化合物で、低濃度試料に適用されます。
- 比較的、化合物が熱分解し易い分析方法です。熱分解し易い化合物には向きません。

適用試料

- 通常、目的化合物が溶媒で希釈、溶解されている試料が対象です。目的化合物の沸点が約100℃以上の化合物（使用溶媒、分析カラム、キャリアガス流量、カラム初期温度により分析可能な成分は異なります。）で、溶媒と分離する成分が対象です。
- 気体試料のスプリットレス分析はできません。（低温付加装置を付けて、カラム初期温度を0℃以下にできればスプリットレス分析が可能な成分もあります。）

注入量

最もよく使われる注入量は 1μL です。

試料の注入量は通常 2μL 以下ですが、高圧注入法を用いることで数 μL 程度の注入も可能です。

適用カラム

- 内径は0.22mm以上のカラムが適しています。キャリアガスの流量が多く流せる内径0.32mmのカラムをお勧めします。長さの制限は特にありません。

スプリットレス分析法の条件設定の注意点

- キャリアガスはHeが最適です。
- 最適なキャリアガスの流量はカラム内径により異なりますが、分離を損なわない程度の高いカラム流量に設定します。（高線速度: Ex. 40cm/sec～70cm/sec）
- スプリットベント流量は、約30～70mL/minに設定して下さい。
- 分解を防ぐために、注入口の温度はなるべく低めに設定します。
  （例えば、カラムの最終温度と同じ温度に設定）

・ スプリットベントを閉じて、注入試料をカラムに移動させる時間（サンプリングタイム）はカラム入口圧により異なります。よく使用されるサンプリングタイムは1～２分です。 Table に入口圧力、カラム流量、サンプリングタイムの目安を示しました。

Table　カラム圧力、流量、サンプリングタイムの目安（25～30mカラムの場合，キャリアガス:He）

カラム内径	圧力	カラム流量	サンプリングタイム
0.25mm	120～170kPa	2～3mL/min	1～1.5min
0.32mm	80～120kPa	3～5mL/min	1.0min
0.53mm	30～50kPa	7～10mL/min	0.5～1min

カラムの温度条件設定の注意点

昇温分析が必要です。

温度条件の例

カラム温度：50℃(1min)-20℃/min-150℃-7℃/min-260℃(5min)
カラム：Rtx-1(0.32mm × 30m × 0.25um)
キャリアガス：He,100kPa(3.7mL/min)
注入口温度：260℃，サンプリングタイム：１min

その他の注意点

・ インサートには不活性化処理済シリカウールを極少量（1mg以下）詰めます。インサートにシリカウールが入っていないと面積値の再現性は悪くなる場合があります。
・ 目的成分が吸着、分解し易い場合は、インサートに入れる不活性化処理済シリカウールをさらに減らすと、吸着、分解が減少する場合があります。
・ 熱安定性の高く、吸着性の低い試料の場合は、不活性化処理をしていないシリカウールを使用しても分析に支障ありません。
・ 熱安定性の高い試料の分析ではシリカウールの量を増加させると面積値の再現性向上が期待できます。
・ 農薬等の比較的高沸点化合物を分析する場合は、注入口用保温カップの使用をお勧めします。
・ キャリアガスが電子制御可能なGCを使用している場合であれば、吸着性・分解性のある成分を効率良くカラムへ導入するためや、注入量を増加させて感度を向上させるために、試料注入時（サンプリングタイム中）のみ注入口圧力を高く設定する高圧注入法（High Pressure Injection = HPI）が有効です。

ワイドボアカラムの全量導入(Direct Injection)分析法

全量導入法（Direct　Injection）とは？

スプリットレス分析法と全量導入法は異なる分析手法です。内径 0.45mm 以上のワイドボアカラムを全量導入法用の注入口に接続し、パックド分析のように、注入した試料のほぼ全量をカラムに導入する分析法です。WBC アタッチメントをパックドカラム用試料気化室に取り付けて分析する方法と、全量導入用の注入口で分析する方法があります。

(全量導入用の注入口：WBI-2010/GC-2010 用、WBI-2014/GC-2014 用、WBI-17/GC-17A 用、セプタムパージ型ワイドボア注入口/GC-14B(A)用、GC-2010 及び GC-17A 用の WBC アタッチメントはありません。)

スプリット/スプリットレス注入口にワイドボアカラムを接続し、スプリットベントを全閉して分析した場合、溶媒および分析成分のテーリングが非常に大きくなります。全量導入法は、WBC アタッチメントまたは、全量導入用の注入口を使用して下さい。

全量導入法（Direct　Injection）の特徴

- 流路が単純で、操作が簡便です。
- パックド用試料注入口にアダプタを接続して使用可能なので安価です。
  （GC-2014、GC-14B(A)にWBCアタッチメント使用した場合）
- 測定成分は、低～高濃度までいずれも分析可能です。
- 試料をスプリットしないので高感度です。
- シングルカラムで昇温分析が可能です。

適用試料

- 液体試料、気体試料いずれも分析可能です。
- 低～高沸点化合物まで幅広い成分に適用可能です。

注入量

- 分離を損なわないために、液体試料は通常１μL、気体試料は0.5mL以下をお勧めします。（注入量が少ないと、分離は向上する傾向にあります。）
- 分析対象成分のリテンションタイムが遅い場合や、カラム流量が多い場合(たとえば20mL/min以上)、注入量を液体試料は2～3μL（溶媒によって異なります。）、気体試料は1mL程度まで増加させても分離にあまり影響はありません。

適用カラム

内径 0.45mm～0.53mm のワイドボアカラムのみ使用可能です。30m 以上のカラムが適しています。

カラムの接続の注意点

- カラムの先端部分をキャピラリカッターで直角にカットします。
- 注入口のガラスインサートに汚れ、カラム先端部の破片が無いことを確認します。
- カラムの接続の際には、注入口のガラスインサートにカラムを強く押しつけすぎないようにして下さい。

カラムの流量

- キャリアガス流量は、10mL/min～20mL/minがよく使用されます。
- GC-14BにてWBCアタッチメント使用時のキャリアガス流量は8mL/min以上に設定して下さい。
- 全量導入法用注入口(WBI-2010、WBI-2014、WBI-17、セプタムパージ型ワイドボア注入口)を使用時のキャリアガス流量は5mL/min以上に設定して下さい。Table に入口圧力、カラム流量の目安を示します。

Table　カラム圧力、流量の目安（25～30mカラムの場合，キャリアガス:He）

	カラム内径	圧力	カラム流量
WBCアタッチメント	0.45～0.53mm	40～80kPa	10～20mL/min
セプタムパージ型ワイドボア注入口(WBI-2010/2014/17含む)	0.45～0.53mm	30～80kPa	5～20mL/min

メイクアップガスの設定

キャリアガス流量が、15mL/min 以下の場合は、感度の向上、分離能の向上のためメイクアップガスを供給して下さい(メイクアップガスの流量は約 30～50mL/min)。

カラムの温度条件設定の注意点

- パックドカラムより低い温度で目的成分が溶出する傾向にあります。
- ワイドボアカラムの耐熱温度は、同液相の内径の細いキャピラリカラムよりも低いことが多いので注意して下さい。

分析条件の例

カラム温度：50℃(1 分)－10℃/min－230℃(5 分)
カラム：Rtx-1(0.53mm × 30m, df=1.0um)
カラム流量：He、12mL/min
メイクアップガス：He、30mL/min

その他の注意点

- 原則的にインサートの中にシリカウールを詰める必要はありませんが、不揮発性成分がある試料の分析では不活性化処理済シリカウールをインサートの下部に少量（5mg以下）詰めます。
- 分解し易い化合物を分析する場合、シリカウールを抜き、カラム流量を増加させ、なるべく低い温度で、速く溶出させると分解が抑制できる場合があります。
- WBCアタッチメントをご使用の場合、キャリアガス流量を8～10mL/min以上に設定してください。注入口のガラスインサート体積が約0.8mL程度あるため、カラム流量が少ないと注入試料がカラムに移動するのに時間がかかり、分離が損なわれる場合があります。
- 長いカラムは、同じ流量に設定しても入口圧力が高くなります。流量設定し易く、再設定性も良くなります。注入試料の気化体積も小さくなりますので、注入量の増加も期待できます。30mや60mの長めのカラムの使用をお勧めします。（分解し易い試料の場合は、長いカラムは適さないので注意して下さい。）

OCI分析法（コールドオンカラム分析法）

OCI分析法とは？

キャピラリカラム先端部分にマイクロシリンジの針先が挿入でき、昇温可能な機構を持つ注入口を使用します。

試料溶媒の沸点以下に注入口温度を保っておき、キャピラリカラムの先端部分に、直接マイクロシリンジの針先を挿入し、試料を溶液のまま注入します。その後、注入口およびカラムを昇温することにより、注入成分をキャピラリカラム内部で直接、緩やかに気化させる試料注入方法です。キャピラリカラムの先端部分が試料気化室に相当します。

OCI分析の特徴

- 面積値の再現性等の分析精度が高い分析法です。
- シリンジディスクリミネーション[注1)]がおきません。
- GCの分析法の中で、最も試料の熱分解が少ない分析方法です。
- 試料中の不揮発性成分がカラム先端部分に残るので、カラムがダメージを受け易い分析法です。

適用試料

- スプリットレス分析と同様、通常は液体試料のみ適用可能です。
- 測定成分の濃度が低い試料が適します。（分析対象の濃度が一成分あたり約200ppm以下の試料に適します。）

注入量

液体試料で 0.5～2μL。最もよく使われる注入量は 1μL です。

適用カラム

- 内径0.53mm × 30mのワイドボアカラムが最も簡便に使用できます。
- 内径0.22～0.33mmのキャピラリカラムを使用する場合は、プレカラム（液相がコーティングされていない不活性化処理済の内径0.53mmのカラム、不活性化処理済オープンチューブカラム）を分析カラムの直前に1～2m接続して使用します。
- GC-2010では、オプションの簡易OCI用インサートを用いて、内径0.32mmや0.25mmのキャピラリカラムにダイレクト注入が可能です。プレカラムは使用せず、標準シリンジで試料注入が行えます。

OCIの条件設定の注意点

- OCIの初期温度は注入試料溶媒の沸点より10～20℃以下に設定します。
- OCIの一般的な昇温速度は、およそ30～50℃/minです。OCIの昇温速度を低くすると化合物の分解は起きにくくなります。
- OCIの最終温度はカラムの最終温度より20～30℃高めに設定します。この最終温度で分析終了時間近くまで保持させるようにプログラムを設定します。

・ 最適なキャリアガスの流量はカラム内径により異なりますが、スプリットレス分析と同様に、分離を損なわない程度の高流量（高線速度: 40cm/sec～70cm/sec）に設定します。
Table によく使用される入口圧、カラム流量を示しました。

Table　カラム圧力、流量の目安（25～30mカラムの場合，キャリアガス:He）

カラム内径	圧力	カラム流量
0.25mm	120～170kPa	2～3mL/min
0.32mm	80～120kPa	3～5mL/min
0.53mm	30～50kPa	7～10mL/min

・ 比較的、分解し易い化合物の分析には、短いカラム（Ex. 5～15m）を用い、高いカラム流量（Ex. 50～80mL/min,線速度 100cm/sec以上）に設定し、OCIの昇温速度を低くし（Ex. 10～30℃/min)、なるべく低い温度でOCI及びカラムから成分を溶出させるようにします。それでも分解する化合物は、GCでは分析が困難です。
・ 非常に沸点の高い化合物の場合は、高耐熱性の短いカラムを使用し（Ex. Rtx-1,0.53mm × 5～15m）、非常に高いカラム流量（Ex. 50～80mL/min,線速度 100cm/sec以上）に設定します。

カラムの温度条件設定の注意点

・ 昇温分析が必要です。
・ カラムの初期温度は、注入試料溶媒の沸点より10～20℃以下に設定します。
（OCIの初期温度とほぼ同程度）

温度条件の例

カラム温度：50℃(1 分)－20℃/min－150℃－8℃/min－260℃(5 分)
カラム：Rtx-1(0.53mm × 30m,df=1.0um)
ヘキサン溶媒の OCI 条件例：　40℃(0.1 分)－50℃/min－280℃(18 分)

その他の注意点

・ マイクロシリンジのプランジャー注入速度は、なるべく速くします。
・ 約100回注入ごとに、注入口に差し込まれているカラム先端部10～60cm程度をカットします。
（カラム先端部がシリンジ針先により欠けたり、試料中の不揮発成分が蓄積しているため）
・ 内径0.22～0.33mmのカラムを使用する場合、不活性化処理済オープンチューブカラムは、注入量 1μLにつき約 1mの割合で使用します。通常 1～2mをプレスタイトコネクタにて接続します。（ピークが広がって分析カラムの分離を損なうため、液相のついているカラムは絶対に用いないで下さい）
・ プレカラム接続の際には、カラムの先端部をキャピラリカッターにてきれいに切断し、プレスタイトコネクタ及びカラム先端をヘキサン等の溶媒に浸し、プレスタイトコネクタ内の溶媒が乾かないうちに、カラムとプレスタイトコネクタを強く押しつけます。正しく接続されたときは、プレスタイトコネクタ内のカラム先端部に、カラムの色より濃い色の細いリングが見えます。

注1）　シリンジディスクリミネーション：マイクロシリンジでＧＣに試料を注入する際に、
シリンジで吸い上げた試料の成分組成と、カラムに導入され検出された成分組成が異なること。

PTV分析(プログラム昇温気化分析）

PTV分析とは？

昇温可能な試料注入口を用います。試料注入時は注入試料の溶媒の沸点以下に設定しておき、試料注入後、注入口を急速に昇温することにより、注入試料を気化させる試料注入方法です。

OCI 分析とは異なり、ガラスインサートを用い、スプリット/スプリットレス分析を行います。比較的不揮発性成分が多く含まれている試料を分析した場合でも、カラムの汚染が少ない分析法です。

PTV分析の特徴

- シリンジディスクリミネーション[注1)]が起きません。
- 注入口での試料の熱分解が起きにくい分析法です。
- 試料中の不揮発性成分によるカラムの汚染が少ない分析法です。
- 5μL程度の注入も可能です。
- スプリット分析とスプリットレス分析が選べますので、低～高濃度の幅広い濃度の分析が可能です。

適用試料

- 液体試料に適します。（気体試料はPTVを用いて昇温気化させる必要がありません）
- 中～高沸点化合物の分析に適します。

注入量

液体試料で、1～8μL 程度の注入が可能です。最もよく使われる注入量は 1～2μL です。

適用カラム

内径、長さの制限は特にありません。

PTVの条件設定の注意点

- PTVの初期温度は注入試料の溶媒の沸点以下に設定します。
- PTVの一般的な昇温速度は、およそ50～250℃/minに設定します。(PTVの昇温速度を低くすると、化合物の分解が起きにくくなります。)
- PTVの最終温度はカラムの最終温度より20～30℃高めに設定し、この最終温度で分析終了時間近くまで保持します。
- カラムの流量(線速度)は、分離を損なわない範囲で、なるべく高いカラム流量（高線速度：Ex. 40～70cm/sec）に設定します。
- 比較的、分解し易い成分の場合は、短いカラム（Ex. 5～15m）を用い、高いカラム流量（高線速度:Ex. 100cm/sec以上）に設定し、 PTVの昇温速度を低く(10～50℃/min)設定します。なるべく低い温度でPTV及びカラムから成分を溶出させます。
- 非常に沸点の高い化合物を分析する場合は、高耐熱性の短いカラム（Ex. Rtx-1, 5～15m）を用い、高いカラム流量（高線速度:Ex. 100cm/sec以上）に設定します。

・ 最もよく使用されるスプリット比は、1:30～1:100です。
Table に入口圧力、カラム流量、スプリット比の目安を示しました。

Table　カラム圧力、流量、スプリット比の目安（25～30mカラムの場合，キャリアガス:He）

カラム内径	圧力（kPa）	カラム流量(mL/min)	スプリット比
0.25mm	100～150kPa	1.2～2.5mL/min	1:30～100
0.32mm	60～100kPa	2～4mL/min	1:15～100
0.53mm	25～40kPa	5～8mL/min	1:2～30

カラムの温度条件設定の注意点

・ 昇温分析が必要です。
・ カラムの初期温度は注入試料溶媒の沸点以下に設定します（PTVの初期温度とほぼ同程度）。

温度条件設の例）

カラム温度：　50℃(1 分)－20℃/min－150℃－8℃/min－260℃(5 分)
カラム：Rtx-1(0.32mm × 30m,df=0.25um)
ヘキサン溶媒の PTV 条件例：40℃(0.1 分)－250℃/min－280℃(18 分)

その他の注意点

・ PTVはスプリット法が一般的です。スプリットレス法はあまり用いられていません。
・ インサートに不活性化処理済シリカウールを極少量（1mg以下）詰めます。
・ カラム流量を高くして（高線速度、40～70cm/sec）、低スプリット比（1:5～1:20）に設定し、注入量を増加（Ex. 5μL）させると、低濃度試料でもスプリット法で高感度分析が可能です。

注1）　シリンジディスクリミネーション：マイクロシリンジでＧＣに試料を注入する際に、シリンジで吸い上げた試料の成分組成と、カラムに導入され検出された成分組成が異なること。

キャピラリFID分析

FID検出器の特徴

- 炭素を含む化合物全般の分析に使用できる汎用性の高い検出器です。直線性、安定性が高く、非常に使い易い検出器です。
- 炭素を含むほとんどの化合物に感度があります。ただしCO(一酸化炭素)、CO_2（二酸化炭素）、ホルムアルデヒド(HCHO)やギ酸(HCOOH)、CS_2（二硫化炭素）にはほとんど感度がありません。
- 酸素やハロゲンが結合した炭素はイオン化されにくく、炭化水素等に比較して感度が低下する傾向にあります。(MeOH、CH_2Cl_2、$CHCl_3$、CCl_4等）　塩素系化合物は炭化水素に比べて数分の１程度の感度となる事があります。
- 直線性は10^6～10^7と極めて広く、検出下限は約0.1mg/L 程度です。（化合物の構造により直線性や検出下限は異なります。）

適用試料

炭素を含む化合物全般(CO, CO_2,　HCHO, HCOOH, CS_2 等を除く）

キャピラリFID分析時の注意点

- キャピラリカラムをFID に装着する時に使用するグラファイトフェルールは、ハンディバーナー等で赤熱させ、バックグランドを十分に小さくしたものをご使用下さい。
- 試料気化室のインサート固定用グラファイトフェルール、FIDノズル固定用グラファイトフェルールもハンディバーナー等で赤熱させてから使用するとバックグランドが小さくなります。（FIDノズルの取り付け、取り外しには専用工具が必要です。FIDノズルを取り付け、取り外しされる際は当社サービス部門に御相談下さい。）
- FIDのメイクアップガスはHe、N_2いずれも使用可能です。
- キャリアガスはHeをお勧めします。キャリアガス流量が15mL/min以上と多い場合（内径0.45mm以上のワイドボアカラム使用時等）はメイクアップガスを供給しなくても分析可能です。
- FIDの一般的な燃焼条件は、（キャリアガス+メイクアップガス流量）：水素流量：空気流量＝1：1：10です。
- スプリット、スプリットレス分析法では、インサートにシリカウールが入っていないと面積値の再現性は悪くなります。シリカウールは不活性化処理済のものをお勧めします。
  （詳細はスプリット分析法、スプリットレス分析法をご参照ください。）
- ジクロロメタン、クロロホルム等の有機塩素系溶媒や二硫化炭素等の溶媒を頻繁に（多量に）注入するとFIDノズル、電極部の劣化の原因になる場合があります。
- キャリアガス流量+メイクアップガス流量を70～80mL/min以上に設定した場合は、注入直後の溶媒でFIDのフレームが消えやすくなります。水素と空気流量を通常の1.5～2倍の流量に設定して下さい。

高感度分析時の注意点

- バックグランドノイズの低いセプタムを使用して下さい。注入口のセプタムを250℃の恒温槽にて1、2時間程度焼く、ヘキサンに一晩付けた後 自然乾燥し130～150℃の恒温槽にて約２時間焼く等の処置をするとバックグランドが下がります。コンディショニング済でバックグランドノイズが比較的低い高温用セプタム(グリーンセプタム)も簡便で有効です。
- 注入口ガラスインサートの汚れに注意して下さい。インサート、シリカウールの汚れ、シリコンセプタムの細かい破片等が残っていると、ゴーストピークの原因になります。汚れがあった場合は新品または洗浄済のインサート（不活性化処理済みシリカウールが装着されたもの）に交換することをお勧めします。
- 高感度分析時は、コンプレッサーの圧力変動がベースラインドリフトに現れることがあります。コンプレッサーのシリカゲル容器の後に圧力コントローラー（ベロー弁）を１個または複数個接続するとベースラインドリフトは低減されます。
- コンプレッサーAIRの代わりに ボンベAIRを用いると、ベースラインノイズやベースラインドリフトは小さくなります。ボンベAIRのグレードはあまり重要ではなく、Bグレード（ex:メタン1.0ppm以下）程度で充分です。
- 新しいカラムを使用される前にはキャリアガスを流しながらカラムを数時間以上最高使用温度近くで焼き出し(エージング)して下さい。
- 分析を行う直前及び分析終了後に30分～1時間エージングすることをお勧めします。カラムのコンディションが常に良好に保てます。
- カラムが汚れていたり、劣化してくると分離が悪くなるだけでなく、ピーク高さが低くなる（テーリングが大きくなる）、ベースラインが安定しにくい、ノイズレベルが高くなる等の傾向がみられ、高感度分析が難しくなります。分析対象化合物が溶出し終わっても昇温を続け、カラム内に汚れを残さないようにして下さい。夾雑成分の多い試料はなるべく注入しないでください。
- カラムの汚れは主にカラムの入口側に蓄積されます。カラムの分離が悪くなる、ピーク高さが低くなる、ピークがテーリングする場合、カラムの入口側を30cm～100cm切ると改善する場合があります。
- 試薬特級、残留農薬分析用、作業環境分析用等の試薬をご使用下さい。
- 開封後の試薬は、周辺空気の微量低沸点化合物により汚染される可能性があります。分析に使用する溶媒はブランク濃度を確認してから使用して下さい。未開封の試薬の場合でも、試薬グレード、メーカー、ロット等が変わるとブランク濃度が変わります。

キャピラリECD分析

ECD検出器の特徴

- 親電子性化合物に対し非常に感度が高い検出器です。主にハロゲンのついた化合物の検出に使用されます。測定感度はハロゲンの数、種類、分子構造により大きく異なります。 ECDに感度を示すのはハロゲン含有化合物だけではありません。親電子性の高い化合物は感度を示します。
- ECDに対する感度は、F < Cl < <Br < I の順に高感度になります。F,Clが１、２個しかついてない化合物は感度が極めて低く、FID並の感度しかない場合があります。3個以上ついていると感度が高くなります。
- 同じ数のF,Clが分子構造中に含まれていても、分子構造中のF,Clの位置により感度は異なります。（F,Clが近接した位置に集まっていると高感度になる傾向があります。）
- Br,Iは１個しかついていなくてもかなり高感度になります。（臭化メチル、ヨウ化メチルなどは数～10 ppbの検出が可能です。）
- 親電子性化合物に対し非常に感度が高く、試料由来の汚染を受け易い検出器です。目的化合物以外の夾雑成分や不揮発性化合物を多く含む試料、シリル化剤の注入はなるべく避けて下さい。

適用試料

有機塩素系農薬、低分子有機ハロゲン化合物、フタル酸エステル、ジアセチル、多環芳香族、N_2O、TNT 等の親電子性化合物

キャピラリECD分析時の注意点

- キャピラリカラムをECD に装着する時に使用するグラファイトフェルールは、ハンディバーナー等で赤熱させ、バックグランドを十分に小さくしたものをご使用下さい。
- 試料気化室のインサート固定用グラファイトフェルールもハンディバーナー等で赤熱させてから使用するとバックグランドが小さくなります
- ECDのメイクアップガスはN_2を用いて下さい。Heは使用できません。
- ECDはキャリアガス、メイクアップガスを供給し続け、ヒータがONの状態での連続使用をお勧めします。
- キャリアガスはHeをお勧めします。Heキャリアガス流量が15mL/min以上と多い場合（内径0.45mm以上のワイドボアカラム使用時等）は、ベースラインや感度が安定しない場合があります。その際、メイクアップガス流量を通常より増加（60mL/min～100mL/min）させると、ベースライン、感度が安定する場合があります。メイクアップガス流量を通常より増加させてもベースライン、感度が安定しない場合は、キャリアガスをN_2に変更して下さい。
- ECDを使用しない時は、少流量（15～20mL/min以上）のメイクアップガスを流し続けて下さい。セル内部を常にN_2パージすることで、空気の混入によるECD線源の酸化を防げます。カラムを取り外した後、検出器側のキャピラリアダプタは装着したままで、芯棒を抜いていないキャピラリカラム用グラファイトフェルールにて密栓をしておきます。ECD以外の検出器が同時装着されている装置で、ECD以外の検出器を使用される時も、同様な処置をお勧めします。ECD未使用時に、セル内部をN_2パージしておくとECDの立ち上げが短時間ですみます。
- ECDの立ち上げ時には、メイクアップガスを200kPa程度（100mL/min程度）に増加させ、30min程度流し続けると安定が速くなります。
- キャピラリカラム交換時にもメイクアップガスを流し続けて下さい。セル内部が常にN_2でパージされているのでカラム交換時に空気の混入が少なくなり、ベースラインの安定が早くなります。
- ECDは濃度型の検出器です。メイクアップガス流量を増加させると感度が下がりますがベースラインの安定性は向上します。非常に高感度で分析する時以外は、多めのメイクアップ流量での使用をお勧めします。(40mL/min～100mL/min)

- ECDが汚染されてくると、基本周波数が高くなるのはもちろんですが、感度が大きく変化する、直線性が悪くなる、負ピークが多くなる、ベースラインが正側または負側に振り切ってベースがとれない等の症状が見られることがあります。
- スプリット、スプリットレス分析法では、インサートにシリカウールが入っていないと面積値の再現性は悪くなります。シリカウールは不活性化処理済のものをお勧めします。（詳細はスプリット分析法、スプリットレス分析法をご参照ください。）
- 注入口のセプタムは250℃で1、2時間程度焼いたものをご使用下さい。高感度分析には、バックグランドノイズの低いローブリードセプタム(グリーンセプタム)の使用をお勧めします。
- ジクロロメタン、クロロホルム等の有機塩素系溶剤を試料溶媒に使用すると溶媒ピークの戻りが遅く、分析に支障を来たす場合があります。ECDに高感度な溶媒の注入は避けて下さい。

超高感度分析時の注意点

- 新たに超高感度分析される場合、注入口のガラスインサートは新品の不活性化処理済みインサート（不活性化処理済みシリカウールが装着されたもの）に交換することをお勧めします。
- 新しいカラムを使用される前にはキャリアガスを流しながらカラムを数時間以上最高使用温度近くで焼き出し(エージング)して下さい。この際カラムの検出器側はECDに接続しないで下さい。
- 分析を行う直前及び分析終了後に30分～1時間エージングすることをお勧めします。カラムのコンディションが常に良好に保てます。
- カラムが汚れていたり、劣化してくると分離が悪くなるだけでなく、ピーク高さが低くなる、ベースラインが安定しにくい、ノイズレベルが高くなる等の傾向がみられ、高感度分析が難しくなります。分析対象化合物が溶出し終わっても昇温を続け、カラム内に汚れを残さないようにして下さい。夾雑成分の多い試料はなるべく注入しないでください。
- カラムの汚れは主にカラムの入口側に蓄積されます。カラムの分離が悪くなる、ピーク高さが低くなる、ピークがテーリングする場合、カラムの入口側を30cm～100cm切ると改善する場合があります。それでも改善しない場合、再びカラムの入口側を30cm～500cm切ると改善する場合があります。
- 残留農薬分析用、作業環境分析用等の試薬をご使用下さい。
- 開封後の試薬は、周辺空気の微量低沸点化合物により汚染される可能性があります。分析に使用する溶媒はブランク濃度を確認してから使用して下さい。未開封の試薬でも、試薬グレード、メーカー、ロット等が変わるとブランク濃度が変わります。ブランク濃度を常に意識して分析して下さい。

AOC-20i/s使用上の注意点

試料溶媒の種類等により、オートインジェクタ AOC-20i/s のパラメーターキーや FUNCTION 設定を変更する場合があります。ここでは、これら設定項目の入力値の一例を示します。実際の入力方法の詳細は、取扱説明書をご参照下さい。

1. AOC-20iの前面にあるパラメーター

AOC-20 を使用する場合、必ず設定（確認）すべき項目です。AOC-20i 前面にあるダイレクトキーを押し、設定値を入力します。これらの入力値は電源を切っても記憶されています。

以下のダイレクトキーの項目は、C-R7A や CLASSGC-10、GCsolution にて AOC-20 を制御する場合、GC ファイルやメソッドファイルから入力できます。

AOC-20iの前面にあるパラメーターのダイレクトキーの設定例

キー名称	項目の意味	初期値	備考
Sample Wash (注1)	試料洗浄回数	2（回）	分析する試料の濃度範囲が非常に広いときは、**5回以上**に設定。 試料溶液が少量の場合や非常に貴重な試料の場合は0～1回に設定。 同一試料から繰り返し数回以上分析する場合は、試料瓶シリコンセプタムの劣化をさけるため、0～1回に設定。
Solvent Wash	注入後 溶媒洗浄回数	5（回）	希釈溶媒がない試料（ガソリン等）は、溶媒洗浄回数を**0回**に設定。 洗浄溶媒は二次汚染を防ぐため頻繁に交換。
Number of Injection	試料注入回数	1（回）	同一試料を複数回分析する場合は、繰り返しの分析回数を入力。
Sample Size（注2）	試料注入量	1.0（μL）	注入量を増加させる場合は注意が必要。溶媒の種類、注入口温度、カラム圧力によっては注入量を増加できない場合がある。

注1） 試料洗浄1回につき、8μLの試料を排出します。FUNCTION＝24に 1 を入力すると、試料洗浄 1回につき 6μLの試料排出量に変更できます。

注2） 液体試料 1μL が気化した場合、その気化体積は溶媒の種類、注入口温度、カラム圧力により大きく異なります。例えば250℃、140kPa下で1μLの溶媒の気化体積は、n-ヘキサン：約140μL、トルエン：約170μL、アセトン：約250μL、ジクロロメタン：約300μL、MeOH：約450μL、水：約1000μL です。 注入口のガラスインサートの体積は 0.6～0.8mL 程度ですので、カラム圧力、注入口温度や試料溶媒によっては1μLでさえ注入できない場合もあります（水、MeOHには注意）。試料溶媒の分子量が大きいほど、またカラム圧力が高いほど気化体積は小さくなる傾向にあります。

2. FUNCTIONキーの設定例（FUNCTION 番号01～08）

FUNCTION 番号 01～08 は、AOC-20 の基本的な機能の設定項目です。試料の粘性等により設定値を変更する場合があります。AOC-20i 前面にある FUNCTION キーを押し、項目番号を入力後、設定値を入力します。これらの入力値は電源を切っても記憶しています。ここでは比較的重要な項目のみ、設定値の例を示しました。

C-R7A や CLASSGC-10、GCsolution にて AOC-20 を制御する場合、FUNCTION キーの項目よっては、GC ファイルやメソッドファイルから入力可能です。詳細は C-R7A や CLASSGC-10、GCsolution の取扱説明書をご参照下さい。

FUNCTIONキーの設定例

項目番号	内容	初期値	低粘性溶媒(ヘキサン等)	中粘性溶媒(ﾌﾟﾀﾉｰﾙ等)	高粘性溶媒(ｸﾚｿﾞｰﾙ等)	備考
F01(注3)	注入前溶媒洗浄回数	0(回)	**5(回)**	**5(回)**	**5(回)**	試料注入前にも溶媒洗浄を行うと二次汚染の恐れが減少。希釈溶媒がない試料(ｶﾞｿﾘﾝ等)は溶媒洗浄回数を0回に設定。
F02	ポンピング回数	5(回)	同左	同左	**0(回)**	高粘性溶媒はポンピングを行っても気泡は抜けず、かえって気泡が増加することが多い。
F03(注4)	試料吸入後プランジャー待機時間	0.2(秒)	同左	**2.0(秒)**	**10(秒)以上**	高粘性溶媒はプランジャー上昇後、長時間待たないと所定の量まで吸入されない場合がある。
F05	プランジャー注入速度	2(高速)	同左	同左	**1(中速)**	高粘性溶媒はプランジャーを押すのに高抵抗がかかり、高速で押すのは難しい。

注3） FUNCTION 01の設定は、注入モードが通常法の場合(FUNCTION 07が初期値の 0に設定されている場合)にのみ有効です。

注4） 試料洗浄時、ポンピング時にこの設定時間だけ待ちます。溶媒洗浄時の待ち時間は0.2秒に固定されています。

3. AOCのカスタマイズの設定例(FUNCTION=20～)

FUNCTION 番号 20 以降は、AOC-20 のカスタマイズ項目です。AOC-20i に装着しているオプションや試料の粘性等により設定値を変更する場合があります。AOC-20i 前面にある FUNCTION キーを押し、項目番号を入力後、設定値を入力します。これらの入力値は電源を切っても記憶しています。ここでは比較的重要な項目のみ、設定値の例を示しました。

C-R7A や CLASSGC-10、GCsolution にて AOC-20 を制御する場合、FUNCTION キーの項目よっては、環境設定やメッソドファイルに入力できます。詳細は C-R7A や CLASSGC-10、GCsolution の取扱説明書をご参照下さい。

AOCのカスタマイズの設定例

項目番号	内容	初期値	低粘性溶媒(ヘキサン等)	中粘性溶媒(ﾌﾟﾀﾉｰﾙ等)	高粘性溶媒(ｸﾚｿﾞｰﾙ等)	備考
F20(注5)	最後にAirを吸入するかどうか	0(Air吸入しない)	**1(Air吸入する)**	**1(Air吸入する)**	0(Air吸入しない)	高粘性溶媒はプランジャー上昇速度に追従しないので気泡が発生する場合がある。
F22	試料吸入時のプランジャー吸入速度	2(高速)	同左	同左	**1(中速)**	高粘性溶媒はプランジャー上昇速度に追従しないので、吸入速度を遅くする。
F23	サンプル洗浄、ポンピング時のプランジャー下降速度	2(高速)	同左	同左	**1(中速)**	高粘性溶媒はプランジャーを高速で押すのは難しい。
F40(注6)	オートサンプラー使用の有無	0(使用しない)	*	*	*	*:オートサンプラー使用時は 1を入力
F93	ショートターレットかロングターレットか	0(ショート)	*	*	*	*:ロングターレット使用時は 1を入力

注5） カラム初期温度が高い分析条件や、PEG系の強極性カラム使用時は、Airを共注入するとカラムの寿命を短くする場合がありますので注意して下さい。

注6） オートサンプラーが装着されている場合は、使用の有無の他に、FUNCTION 08(溶媒の選択)や FUNCTION 94(サンプラ使用時のターレット位置)の設定が必要です。これらのFUNCTION設定は据付時にサービスマンが行っています。詳細は取扱説明書や据え付け説明書等をご参照下さい。

カラムの選択の目安

カラムの選択について

数年前までキャピラリカラムは膜厚、長さ等の種類があまりありませんでしたが、最近では種類が増加して選択の幅が広がってきました。ここではカラムの選択の目安を簡単に説明します。

カラム液相の選択

一般的には､分析対象の化合物の極性に近い性質の液相を選択します｡ピーク形状、分離が良くなります。無極性化合物（例えばヘキサン等の炭化水素、灯油、軽油等）の分析には無極性のカラム(Ex. Rtx-1、DB-1)がよく使用されます。 極性化合物（例えばエタノール、アセトン等の水溶解度が高い化合物等）の分析には強極性のカラム(Ex. Rtx-Wax DB-WAX)がよく使用されます。

通常、分析対象化合物の沸点に大きな差がある場合は無極性のカラム(Ex. Rtx-1、DB-1)で分離が可能です。異性体のように化合物の沸点に大きな差がない場合は強極性のカラム(Ex. Rtx-Wax、DB-WAX)で分離を試みます。

無極性のカラムは耐熱温度が高く、強極性のカラムの耐熱温度は低くなります。また、耐熱温度が高いカラムのバックグランドノイズは一般的に低く、昇温時のベースラインドリフトも小さくなります。高感度分析には無極性のカラムをお勧めします｡液相膜厚が薄いカラムのバックグランドノイズは一般的に低く、昇温時のベースラインドリフトも小さくなります。逆に液相膜厚が厚いカラムのバックグランドノイズは一般的に高く、昇温時のベースラインドリフトも大きくなります。

カラムの選択の実例

低沸点化合物

一般的なキャピラリカラムは、通常の GC システムでは、低沸点化合物の分析にはあまり適していません。（ここで言う低沸点化合物は、沸点およそ 60℃以下のものを想定しています。低温付加装置付きの GC ではカラム温度が室温以下に下げられるので、液相量の少ない一般的なキャピラリカラムでも分離可能です。）液相量の少ない一般的なキャピラリカラムでは、低沸点化合物の保持時間が短くなります。可能な限り低い温度で分析しても、分離（保持）しない低沸点化合物の分析は、超厚膜カラムや PLOT カラムの使用をお勧めします。

以下に低沸点化合物の分析によく使用されるカラムをご紹介します。

Rtx-1、DB-1（無極性）： 0.25mm × 60m df=1um, 0.32mm × 30m df=5um,
0.53mm × 30m df=5um 等

Rtx-624、DB-624（中極性）：0.32mm × 60m df=1.8um, 0.53mm × 75m df=3um 等

Rtx-Wax、Stabilwax、DB-WAX、（強極性）：0.32mm × 30m df=1um, 0.53mm × 30m df=1～2um、
Quadrex PEG20M 0.53mm × 25m df=3um 等

Poraplot-Q（ポーラスポリマー）： 0.32mm × 25m df=10um 等

厚膜カラムが発売されていない液相もあります｡どのメーカーも無極性カラムについては、厚膜カラムの種類は豊富ですが、極性カラムについては、膜厚の種類は多くありません。

カラムには最高使用温度の他に、最低使用温度も定められています。 最低使用温度以下で使用すると分離が極端に悪くなる場合があります。 化合物、カラムによっては表示最低使用温度＋5～10℃の条件でも、分離が極端に悪くなる場合がありますので注意して下さい。カラムに記載されている最低使用温度より＋10℃程度が実用上の最低使用温度と考えられます。

中～高沸点化合物

キャピラリカラムが非常に得意とする沸点の化合物です。通常膜厚カラムの使用をお勧めします。

以下によく使用されるカラムをご紹介します。

Rtx-1、DB-1（無極性）： 0.25mm × 30m df=0.25um, 0.32mm × 30m df=0.5um or 0.25um 等

Rtx-5、DB-5（微極性）： 0.25mm × 30m df=0.25um, 0.32mm × 30m df=0.5um or 0.25um 等

Rtx-Wax、Stabilwax、 DB-WAX（強極性）: 0.25mm × 30m df=0.25um 等

非常に多くの化合物を分離しなければならない場合は、分離能力を上げるために、60m 以上のカラムを使用します。最近では 100m 以上の長さのカラムも発売されています。カラムを長くすると、分析時間は長くなります。

超高沸点化合物

カラムオーブンの最高温度は 400～450℃です。この限られた温度内で、より高沸点化合物を溶出させるためには、短いカラム、薄膜のカラムを用い、カラム流量を高くして（高線速度：Ex. 100cm/sec 以上）分析することをお勧めします。ピークが出るかどうか分からないほど高沸点化合物を分析する場合、まずピークを出すのが優先で、分離はピークが出てから考えます。

以下によく使用されるカラムをご紹介します。

Rtx-1、DB-1（無極性）： 0.25mm × 5～30m df=0.1um, 0.32mm × 5～30m df=0.25um,

Ultra ALLOY-1(HT)（無極性）: 0.25mm × 5～15m df=0.1um, 0.5mm × 5～30m df=0.1um 等

5m のカラムは、15m～30m のカラムをカットして自作します。

分析精度を上げるため、OCI や PTV 法をお勧めします。

分解し易い化合物

GC は、注入口、カラムに高い温度がかかります。熱分解（熱変成、熱重合）し易い化合物は、あまり得意ではありません。LC で分析する方が簡便です。

分析のポイントは、超高沸点化合物の場合と類似しています。分析精度を上げるため、OCI や PTV 法をお勧めします。短いカラム、薄膜のカラムを用い、カラム流量を高くして（高線速度：Ex. 100cm/sec 以上）分析することをお勧めします。ピークが出るかどうか分からない化合物ですから、まず STD ピークを出すのが優先で、分離はピークが出てから考えます。 なるべく低い温度で、速く溶出させるのが分解を少なくするポイントです。

以下によく使用されるカラムをご紹介します。

Rtx-1、DB-1: 0.25mm × 5～30m df=0.1um, 0.32mm × 5～30m df=0.25um,

Ultra ALLOY-1(HT): 0.25mm × 5～15m df=0.1um, 0.5mm × 5～30m df=0.1um 等

5m のカラムは、15m～30m のカラムをカットして自作します。

参考：カラム長さ、内径、膜厚の違いと特徴

カラム長さの違いと特徴

	短いカラム(15m 以下)	長いカラム(50m 以上)
分離能力	低い	高い
分析時間	短い	長い
高沸点化合物の溶出	早い	遅い

カラム内径の違いと特徴

	太いカラム(0.45mm 以上)	細いカラム(0.25mm 以下)
分離能力	低い	高い
試料負荷量	高い	低い

カラム膜厚の違いと特徴

	薄い膜厚(大きいβ値)*	厚い膜厚(小さいβ値)**
試料負荷量	低い	高い
耐熱温度	高い	低い
高沸点化合物の溶出	早い	遅い
低沸点化合物の分離	悪い	良い

β値：相比と呼ばれるもので、カラムの中の　空間体積／液相体積　のことです。

β値＝カラムの内径(mm)／｛4×膜厚(mm)｝

＊　薄い膜厚（大きいβ値：300 以上）のカラムは高沸点化合物の分析に適します。

＊＊厚い膜厚（小さいβ値：100 以下）のカラムは低沸点化合物の分析に適します。